

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

1^{re} PUBLICATION

- ②2 Date de dépôt 11 avril 1974, à 16 h 16 mn.
④1 Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — «Listes» n. 45 du 8-11-1974.
- ⑤1 Classification internationale (Int. Cl.) A 61 k 7/06.
- ⑦1 Déposant : Société dite : AMERICAN CYANAMID COMPANY, résidant aux États-Unis
d'Amérique.
- ⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1
- ⑦4 Mandataire : Cabinet Beau de Loménie, 55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.
- ⑤4 Composition compatible shampooing-crème de rinçage.
- ⑦2 Invention de :
- ③3 ③2 ③1 Priorité conventionnelle : *Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le
13 avril 1973, n. 351.117 aux noms de Donald Howard Kirby et Robert Alden Stonier.*

La présente invention concerne un nouveau shampooing traitant, plus particulièrement une composition compatible shampooing-crème de rinçage comprenant des microcapsules sensibles à l'humidité et qui libèrent leur contenu lorsqu'on les met en contact avec l'eau.

5 L'évolution et l'usage accru des crèmes de rinçage ont été accélérés par l'avènement de traitements capillaires qui donnaient un cheveu un peu décapé, sur-traité et difficile à coiffer, ce qui nécessait un traitement ultérieur du cheveu. Les premières compositions traitantes après shampooing étaient principalement des produits de rinçage acides que
10 l'on utilisait pour éliminer le savon calcaire après le "shampooing". Cependant, par suite de l'endommagement occasionné par les traitements actuels des cheveux, des produits totalement différents se sont développés, qui sont essentiellement des agents filmogènes.

Ces produits récents de traitement du cheveu contiennent
15 principalement des agents cationiques, par exemple certains composés d'ammonium quaternaires, qui forment sur le cheveu ce que l'on peut appeler une pellicule monomoléculaire. Cette pellicule ne donne pas seulement au cheveu un toucher lisse et doux mais le rend également plus facile à démêler et à coiffer. Bien que l'on puisse facilement préparer des solutions limpides de certains
20 sels d'ammonium quaternaires, ces préparations sont ordinairement mises sur le marché sous forme d'émulsions ou de dispersions, non seulement pour des raisons esthétiques, mais pour augmenter l'impression que le cheveu est ainsi adouci ou traité par une crème. On suppose que ceci a donné lieu à la fois au produit et au terme de crème de rinçage.

25 Comme les agents cationiques forment des sels insolubles avec les substances anioniques, l'application d'une crème de rinçage constitue ordinairement une étape séparée de lavage ou de rinçage après que les autres procédés sont terminés et toutes les tentatives pour obtenir une formulation combinée de shampooing-crème de rinçage se sont heurtées à cette incompatibilité
30 de base des ingrédients actifs, puisque les shampooings sont essentiellement anioniques de nature.

L'invention a pour objet une composition compatible shampooing-crème de rinçage qui sert, non seulement à nettoyer le cheveu et le cuir chevelu, mais aussi à donner au cheveu un toucher lisse et doux
35 tout en le rendant plus facile à démêler et à coiffer.

L'invention a donc pour objet une composition compatible shampooing-crème de rinçage comprenant un shampooing anionique anhydre et des micro-

capsules de crème de rinçage, lesdites microcapsules contenant un produit cationique encapsulé et ayant des parois qui sont solubles dans l'eau mais insolubles dans ledit shampooing anhydre et imperméables à ce dernier.

Les microcapsules comprennent le constituant de crème de rinçage de la composition et consistent en une substance cationique mélangée avec une huile végétale encapsulée avec une matière qui est soluble dans l'eau tandis qu'elle est insoluble dans le shampooing anhydre et imperméable à celui-ci. La matière d'encapsulation, outre qu'elle répond à ces critères, doit également pouvoir être employée dans un procédé de micro-encapsulation. La matière d'encapsulation doit donc répondre aux critères particuliers de viscosité et de stabilité à la chaleur résultant de la nature des procédés classiques d'encapsulation. Enfin, la matière d'encapsulation ne doit pas être déposée sur le cheveu en laissant un résidu après l'utilisation de la composition de shampooing-crème de rinçage.

On peut préparer les microcapsules par l'un quelconque des procédés connus de micro-encapsulation. De préférence, on forme les microcapsules par séchage par pulvérisation d'une suspension homogène de la matière cationique et d'une solution ou suspension de la matière d'encapsulation dans l'eau. Outre les exigences ci-dessus de solubilité, viscosité et analogues, la solution ou suspension de la matière d'encapsulation doit pouvoir émulsifier la crème de rinçage à encapsuler et une solution aqueuse à 5 % de la matière d'encapsulation doit avoir une viscosité de moins de 1000 cPo.

Les matières d'encapsulation qui se sont révélées particulièrement utiles selon l'invention comprennent la dextrine, la gomme arabique et les polypeptides filmogènes. D'autres matières que l'on peut utiliser comprennent notamment l'alcool polyvinylique et la polyvinylpyrrolidone. La dextrine est la matière préférée et, dans le procédé de micro-encapsulation, on l'utilise en solution à 15-25 %, de préférence à 20 %.

La dextrine, parfois appelée gomme d'amidon, est le produit résultant de l'hydrolyse incomplète de l'amidon, par chauffage d'amidon anhydre ou mise en contact avec un acide dilué, et elle n'a pas de formule définie. La dextrine préférée est une variété de qualité alimentaire vendue sous le nom de National Starch 78-1564, fabriquée à partir de maïs cireux.

La gomme arabique, également appelée gomme accacia ou gomme sénégal, est l'exsudat gommeux séché obtenu à partir de diverses espèces (par exemple sénégal) d'arbres du genre acacia de la famille des légumineuses.

La structure exacte est apparemment inconnue mais elle consiste en un sel neutre ou légèrement acide d'un polysaccharide complexe et fortement ramifié contenant du calcium, du magnésium et du potassium et ayant un poids moléculaire d'environ 240 000 à 300 000. On préfère une qualité insipide, limpide et blanche de gomme arabique.

Les polypeptides sont des polymères de 10 à 100 aminoacides reliés par liaisons peptidiques entre l'atome de carbone du groupe carboxy et l'azote du groupe amino de l'acide voisin avec élimination d'eau. Le polypeptide préféré vendu sous le nom de WSPX 1000 Wilson, est un polypeptide dérivé du collagène, ayant une teneur en azote de 15 % au minimum; une teneur maximale en eau de 8 % ; un comptage bactérien total inférieur à 5000 par gramme (pour la gélatine conforme à la pharmacopée américaine) ; teneur en cendres maximale: 6 % (16 h à 550°C) ; pH: 5,2-5,8 ; point isoélectrique environ 5,3 ; fer, moins de 5 parties par million ; métaux lourds, moins de 50 parties par million ; couleur d'une solution à 1 % de Lovibond : pas plus foncée que 2,5 jaune, 0,5 rouge ; et poids moléculaire moyen environ 10000.

Les microcapsules de crème de rinçage ont par exemple la composition caractéristique suivante :

	Chlorure de stéaryldiméthylbenzylammonium	13 %
20	Huile végétale hydrogénée	13 %
	Dextrine	67 %
	Plastifiant au polyéthylèneglycol	2 %
	Eau	5 %

On peut voir d'après ce qui précède que la matière cationique et l'huile végétale constituent environ 30 % de la composition du produit micro-encapsulé tandis que la matière d'encapsulation constitue les 70 % restants de la composition.

Un autre avantage de l'invention est de permettre l'utilisation de matières cationiques qui n'étaient pas disponibles jusqu'à présent pour l'utilisation dans des crèmes de rinçage à cause de problèmes de solubilité. Selon l'invention, on peut maintenant utiliser comme composant cationique des microcapsules de crème de rinçage, les matières cationiques solubles dans l'eau telles qu'un chlorure d'ammonium quaternaire propoxylé.

Les microcapsules de crème de rinçage sont utilisées à une concentration de 12 à 18 % en poids de la formulation totale et donnent ainsi une concentration en matière cationique qui est supérieure d'environ 25 % à celle des formulations classiques de crème de rinçage. Cet excès est nécessaire pour inactiver une portion de la matière cationique qui réagit avec la

composition de shampooing anionique, rendant ainsi inefficace une portion de la matière cationique. Dans le calcul de la quantité de microcapsules de crème de rinçage à utiliser divers facteurs entrent en jeu, outre l'inactivation de la matière cationique et du shampooing anionique ; notamment, une trop grande concentration de microcapsules donnent une formulation ayant une concentration de matière d'encapsulation qui est nuisible à l'usage final de la composition, du fait qu'un résidu de cette matière reste sur le cheveu après l'emploi. Dans le cas de la dextrine, on a constaté que l'utilisation d'une concentration de 20 % des microcapsules conduit à un résidu de dextrine sur le cheveu en gardant à l'esprit ses critères telles que l'inactivation de la matière cationique et les limitations de la matière d'encapsulation qui peuvent raisonnablement être tolérées, la composition doit fournir environ 3 à 6 % en poids de matière cationique.

En ce qui concerne le shampooing anhydre, on préfère utiliser un shampooing-crème comprenant du propylèneglycol, du stéarate de sodium, du laurylsulfate de triéthanolamine, du laurylsulfate de sodium, de l'alcool oléylique éthoxylé, de l'alcool laurylique, du dioxyde de titane, de l'éthanol et un parfum. Le composant anhydre peut aussi comprendre des savons naturels combinés avec les tensioactifs anioniques, ainsi que des tensioactif non ioniques tels que l'alcool oléylique éthoxylé.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée.

Exemple 1.-

Préparation du constituant de shampooing

On prépare le shampooing anhydre suivant, qui est un shampooing-crème, de la manière suivante :

Propylèneglycol	36,25 g
Stéarate de sodium	3 g
Laurylsulfate de sodium anhydre	20 g
Acides gras de noix de coco	2 g
Triéthanolamine	1,25 g
Ether laurylique de polyoxyéthylène (4)	5 g
Alcool éthylique anhydre	15 ml
Dioxyde de titane	2 g
Parfum	0,5 ml

On place le propylèneglycol, le stéarate de sodium, le laurylsulfate de sodium, les acides gras de noix de coco, la triéthanolamine et l'éther laurylique de polyoxyéthylène (4) dans un récipient convenable

- muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C en agitant jusqu'à ce que le stéarate de sodium soit fondu et que le mélange soit terminé. On saupoudre avec le dioxyde de titane la surface du mélange et on continue l'agitation pour terminer l'opération de mélange.
- 5 On refroidit ensuite le mélange au-dessous de 50°C et on ajoute l'alcool éthylique et le parfum.

Exemple 2.-

Préparation du constituant de shampooing

- On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing-crème :
- | | | |
|----|---------------------------------|---------|
| 10 | Propylèneglycol | 50 g |
| | Stéarate de sodium | 5 g |
| | Laurylsulfate de sodium anhydre | 30 g |
| | Alcool éthylique anhydre | 14,5 ml |
| 15 | Parfum | 0,5 ml |

- On place le propylèneglycol, le stéarate de sodium et le laurylsulfate de sodium dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C en agitant jusqu'à ce que le stéarate de sodium soit fondu et on termine le mélange. On refroidit
- 20 au-dessous de 50°C et on ajoute l'alcool éthylique et le parfum.

Exemple 3.-

Préparation du constituant de shampooing

- On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing-crème :
- | | | |
|----|---|------|
| 25 | Propylèneglycol | 65 g |
| | Stéarate de potassium | 7 g |
| | Laurylsulfate de sodium anhydre | 18 g |
| | Ether laurylique de polyoxyéthylène (4) | 10 g |

- On place le propylèneglycol de stéarate de potassium, le
- 30 laurylsulfate de sodium et l'éther laurylique de polyoxyéthylène (4) dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à environ 60°C jusqu'à ce que le stéarate de potassium soit fondu et on termine le mélange.

Exemple 4.-

Préparation du constituant de shampooing

- On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing-crème :

2225145

Propylèneglycol	44,7 g
Stéarate de sodium	3 g
Stéarate de potassium	2 g
Laurylsulfate de sodium anhydre	10 g
5 Laurylsulfate de triéthanolamine anhydre	30 g
Alcool éthylique anhydre (SD-40)	10 ml
Parfum	q.s.p 100 g

On place le propylèneglycol, le stéarate de sodium, le stéarate de potassium, le laurylsulfate de sodium et le laurylsulfate de triéthanolamine dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C en agitant jusqu'à ce que les stéarates de sodium et de potassium soient fondus et on termine le mélange. On refroidit au-dessous de 50°C et on ajoute l'alcool éthylique et le parfum.

15 Exemple 5.-

Préparation du constituant de shampooing

On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing-lotion :

Propylèneglycol	34 g
20 Stéarate de sodium	5 g
Laurylsulfate de triéthanolamine anhydre	40 g
Acide oléique	7 g
Triéthanolamine	3,5 g
Alcool éthylique anhydre (SD-40)	10 ml
25 Parfum	0,5 ml

On place le propylèneglycol, le stéarate de sodium, le laurylsulfate de triéthanolamine, l'acide oléique et la triéthanolamine dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C en agitant jusqu'à ce que le mélange soit terminé. On refroidit le mélange au-dessous de 50°C et on ajoute l'alcool éthylique et le parfum.

30 Exemple 6.-

Préparation du constituant de shampooing

On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing-lotion :

Alcool éthylique anhydre (SD-40)	42 ml
Acide oléique	11,5 ml
Triéthanolamine	6 g

Laurylsulfate de sodium anhydre	20 g
Laurylsulfate de triéthanolamine anhydre	20 g
Parfum	0,5 ml

- On place l'acide oléique, la triéthanolamine, le laurylsulfate de sodium et le laurylsulfate de triéthanolamine dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C en agitant jusqu'à ce que le mélange soit terminé. On refroidit au-dessous de 50°C et on ajoute l'alcool éthylique et le parfum.

Exemple 7.-

10 Préparation du constituant de shampooing

On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing liquide clair :

Propylèneglycol	52,5 g
Hexylèneglycol	5 g
15 Acide oléique	7 g
Triéthanolamine	3,5 g
Hydrolysate de protéine	2 g
Laurylsulfate de triéthanolamine anhydre	15 g
Laurylsulfate de sodium anhydre	10 g
20 Diéthanolamide de l'acide stéarique	5 g
Parfum	1 ml

- On place le propylèneglycol, l'hexylèneglycol, l'acide oléique, la triéthanolamine, le laurylsulfate de triéthanolamine, le laurylsulfate de sodium et le diéthanolamide d'acide stéarique dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C en agitant jusqu'à ce que le mélange soit terminé. On refroidit au-dessous de 50°C et on ajoute l'hydrolysate de protéine et le parfum.

Exemple 8.-

30 Préparation du constituant de shampooing

On prépare de la manière suivante le shampooing anhydre suivant qui est un shampooing liquide clair :

Propylèneglycol	50 g
Stéarate de potassium	10 g
35 Laurylsulfate de triéthanolamine anhydre	20 g
Diéthanolamide d'acide stéarique	5 g
Alcool éthylique anhydre (SD-40)	14,5 ml
Parfum	0,5 ml

On place le propylèneglycol, le stéarate de potassium, le laurylsulfate de triéthanolamine et le diéthanolamide d'acide stéarique dans un récipient convenable muni d'un agitateur et d'un dispositif de chauffage. On chauffe le mélange à 60°C jusqu'à ce que le stéarate de potassium soit fondu et que le mélange soit terminé. On refroidit au-dessous de 50°C et on ajoute l'alcool éthylique et le parfum.

Exemple 9.-

On prépare deux shampooings-crèmes anhydres comme indiqué à l'exemple 1 et on les désigne ci-après par A et B respectivement. La composition A sert de témoin tandis que la composition B contient 15 % de microcapsules de crème de rinçage que l'on a préparé en mélangeant à parties égales du chlorure de stéaryldiméthylbenzylammonium et de l'huile de maïs. On sèche ensuite par pulvérisation ce mélange avec une solution à 20 % de dextrine dans l'eau conjointement avec un polyéthylèneglycol comme plastifiant. Les microcapsules ont la composition suivante :

Chlorure de stéaryldiméthylbenzylammonium	13 %
Huile de maïs	13 %
Dextrine	67 %
Plastifiant au polyéthylèneglycol	2 %
Eau	5 %

On fait un shampooing sur dix chevelures avec les compositions A et B. On passe la composition A sur une moitié de la tête et la composition B sur l'autre moitié. On observe que le cheveu traité avec la composition B est plus facile à démêler et à coiffer que le cheveu traité avec la composition A. En outre, le cheveu traité avec la composition B a un toucher plus lisse et plus souple que le cheveu traité avec la composition A.

R E V E N D I C A T I O N S

1. Composition compatible shampooing-crème de rinçage, caractérisée en ce qu'elle comprend un shampooing anionique anhydre et des microcapsules
- 5 de crème de rinçage, lesdites microcapsules contenant un produit cationique encapsulé et ayant des parois solubles dans l'eau, mais insolubles dans ledit shampooing anhydre et imperméables à ce dernier.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le produit cationique encapsulé est le chlorure de stéaryldiméthylbenzyl-
- 10 ammonium.
3. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le constituant de shampooing anhydre est un shampooing-crème.
4. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce les microcapsules de crème de rinçage sont présentes à une concentration
- 15 d'environ 12 à 18 % en poids.
5. Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que la concentration des microcapsules de crème de rinçage est de 15 % en poids.
6. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les parois des microcapsules consistent en dextrine.
- 20 7. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les parois des microcapsules consistent en gomme arabique.
8. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que les parois des microcapsules consistent en un polypeptide.
9. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce
- 25 que le constituant de shampooing anhydre comprend des savons naturels et des tensionactifs non ioniques en plus des tensioactifs anioniques.